

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



REC'D 28 SEP 2004

WIPO PCT

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 103 38 465.0

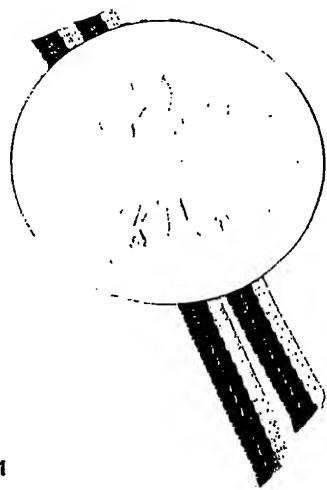
Anmeldetag: 21. August 2003

Anmelder/Inhaber: Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften eV, 80539 München/DE

Bezeichnung: Herstellung von Perovskit-Teilchen

IPC: C 01 G 1/02

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.



München, den 29. Juni 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Remus

WEICKMANN & WEICKMANN

Patentanwälte
European Patent Attorneys · European Trademark Attorneys

DIPL-ING. **H. WEICKMANN** (bis 31.1.01)
DIPL-ING. **F. A. WEICKMANN**
DIPL-CHEM. **B. HUBER**
DR-ING. **H. LISKA**
DIPL-PHYS. DR. **J. PRECHTEL**
DIPL-CHEM. DR. **B. BÖHM**
DIPL-CHEM. DR. **W. WEISS**
DIPL-PHYS. DR. **J. TIESMEYER**
DIPL-PHYS. DR. **M. HERZOG**
DIPL-PHYS. DR-ING. **B. RUTTENSPERGER**
DIPL-CHEM. DR. **V. JORDAN**
DIPL-PHYS. DR. **M. DEY**
DIPL-FORSTW. DR. **J. LACHNIT**

Unser Zeichen:

31138P DE/WWCGpu

Erfinder:

Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung
der Wissenschaften e. V.
Hofgartenstraße 8
80539 München

Herstellung von Perovskit-Teilchen

Herstellung von Perovskit-Teilchen

Beschreibung

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Perovskit-Teilchen mit hoher Kristallinität und hoher Reinheit sowie durch das Verfahren erhältliche Perovskit-Teilchen.

10 Die Stoffgruppe der Perovskite, eine spezielle Gruppe gemischter Metalloxide, besitzt außergewöhnliche chemische und physikalische Eigenschaften, beispielsweise ein katalytisches, ferroelektrisches, pyroelektrisches, piezoelektrisches und dielektrisches Verhalten. Aufgrund dieser Eigenschaften finden Perovskite eine vielseitige Verwendung, 15 beispielsweise in piezoelektrischen Schichten und Hochleistungskondensatoren, Hochtemperaturmembranen für Brennstoffzellen, Hochtemperaturleiter sowie auf den Gebieten der Ferroelektrizität, Spinelektronik, des kolossalen Magnetwiderstands und der nichtlinearen optischen Eigenschaften.

20

Da die Eigenschaften der Perovskite im Wesentlichen von der Kristallchemie abhängen, ist die Herstellung von reinen, stöchometrischen, homogenen und kristallinen Perovskitmaterialien mit regulierten Kristallitgrößen von hohem wissenschaftlichen und technologischem Interesse. Gerade für die 25 Herstellung dünner Schichten oder Keramiken sind reine nanoskalige Pulver erwünscht. Es hat sich gezeigt, dass die Qualität einer keramischen Schicht mit abnehmender Partikelgröße der zu ihrer Herstellung verwendeten Ausgangsmaterialien besser wird, wobei gleichzeitig die erforderlichen Sintertemperaturen sinken und die Verarbeitungsbedingungen somit 30 günstiger werden. Auch für die Bildung von feinkörnigen Keramiken durch Sinterverfahren sind Perovskite mit kleinen Kristallitgrößen von großem Interesse.

Ein sehr gut untersuchtes Perovskitmaterial ist Bariumtitanat. Bariumtitanat besitzt eine hohe Dielektrizitätskonstante und ferroelektrische Eigenschaften, die für eine Verwendung in elektronischen und optischen Vorrichtungen von 5 großer Bedeutung sind. BaTiO₃ existiert in verschiedenen kristallografischen Modifikationen, wobei die tetragonalen und kubischen Polymorphismen am besten untersucht sind. Bei der Herstellung von mehrschichtigen Kondensatoren ist es eine entscheidende Voraussetzung, dass das BaTiO₃-Pulver leicht in dünne Folien verarbeitet werden kann. Deshalb ist es 10 wünschenswert, BaTiO₃ mit kleinen Kristallitgrößen, einer hohen Reinheit und einer homogenen Zusammensetzung bereitzustellen.

Im Hinblick auf die Bedeutung von Perovskiten ist es nicht verwunderlich, dass in der Vergangenheit viele Versuche zur Synthese von 15 Perovskitmaterialien durchgeführt wurden. Es wurde beispielsweise versucht, kristalline Perovskite über Sol-Gel-Verfahren herzustellen (Special Issue on „Sol-Gel-Processing of Ferroelectric Materials“ J. Sol-Gel Sci. Tech. 1999, 16, No. 1-2). Insbesondere sind Sol-Gel-Verfahren unter Verwendung von Titaniumalkoxiden und Bariumsalzen angewandt worden, allerdings ist bei 20 diesen Verfahren oft die Zugabe von Liganden und anderen organischen Additiven als Komplexbildner oder Stabilisierungsmittel zur Kontrolle der Partikelgröße und zum Erhalt der partikulären Stabilität sowie zur Verhinderung der Partikelagglomeration erforderlich (O'Brien et al., J. Am. Chem. Soc. 2001, 123, 12085-12086).

25

Ein anderes im Stand der Technik bekanntes Verfahren ist die hydrothermale Behandlung von Titanverbindungen, wie etwa Titaniumalkoxid, Titaniumoxid oder Titaniumoxidgelen, in Gegenwart von Bariumsalzen in einer stark alkalischen Lösung (Clark et al., J. Mater. Chem. 1999, 9, 83-91; Dutta und 30 Gregg, Chem. Mater. 1992, 843-846 und Walton et al., J. Am. Chem. Soc. 2001, 123, 12547-12555). Jedoch sind die Teilchengrößen der mit diesen Verfahren hergestellten Perovskite unerwünscht groß.

Bei den meisten der im Stand der Technik bekannten Verfahren zur Herstellung von Perovskitmaterialien werden Perovskit-Teilchen mit einer Größe im Bereich von einigen Hundert bis etwa 50 nm gebildet. Die 5 Eigenschaften von Perovskiten, beispielsweise die Ferroelektrizität hängt wesentlich von der Partikelgröße ab. Teilchen mit einer Größe im so genannten kritischen Größenbereich von etwa 10-20 nm sind deshalb von besonderem Interesse, da solche Teilchen kein ferroelektrisches Verhalten mehr aufweisen. Im Stand der Technik sind jedoch keine Syntheseverfahren 10 beschrieben, durch die Perovskit-Teilchen mit dieser gewünschten Größe in hoher Reinheit und zufriedenstellender Ausbeute hergestellt werden können.

Somit ist es eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung ein einfaches und effizientes Verfahren zur Herstellung von Perovskit-Teilchen mit einer 15 Größe von weniger als etwa 50 nm bereitzustellen. Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung von Perovskit-Teilchen, worin die Zugabe von Liganden und anderen organischen Additiven zur Kontrolle der Partikelgröße und zum Erhalt der Partikelstabilität nicht erforderlich ist. Noch eine Aufgabe der 20 vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines halogenfreien Verfahrens zur Herstellung von Perovskiten. Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren bereitzustellen, mit dem Perovskit-Teilchen in hoher Reinheit und mit hohen Ausbeuten herstellbar sind.

25 Diese Aufgabe wurde erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von Perovskit-Teilchen der Formel ABO_3 ,
worin A ein Metall geringerer Wertigkeit oder eine Mischung von
Metallen geringerer Wertigkeit ist,
worin B ein Metall hoher Wertigkeit oder eine Mischung von Metallen
30 höherer Wertigkeit ist,
gekennzeichnet durch die Schritte
(a) Lösen des ersten Metalls oder der Mischung von Metallen A in einem

wasserfreien Alkohol und

(b) Umsetzen der Lösung aus (a) mit einem Alkoxid des zweiten Metalls oder der Mischung aus Metallen B der Formel $B(OR)_x$ oder/und $B(OR)_{x-2}$, worin x die Wertigkeit des Metalls B darstellt und R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 30 Kohlenstoffatomen ist.

5 Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können mittels einer einfachen Synthese Perovskit-Teilchen mit hoher Kristallinität und hoher Reinheit bereitgestellt werden. Das gewünschte Perovskitmaterial kann 10 vorteilhafterweise auch ohne Verwendung zusätzlicher Liganden oder organischer Additive in hohen Ausbeuten und hoher Reinheit hergestellt werden. Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass weder Wasser, noch Säuren, Basen oder Gegenionen verwendet werden und das Produkt somit rein als kolloidales Sol anfällt. Ein weiterer 15 Waschschritt ist somit nicht erforderlich. Die im Verfahren verwendeten Alkohole sind einfach entfernbare, beispielsweise durch Zersetzung oder Calcinierung bei der Bildung eines keramischen Körpers.

20 Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren können Perovskit-Teilchen der Formel ABO_3 hergestellt werden. In der Formel ABO_3 stellt A ein Metall geringerer Wertigkeit oder die Mischung von Metallen geringerer Wertigkeit dar. Das Metall bzw. die Metalle A sind bevorzugt Alkalimetalle, Erdalkalimetalle oder/und Übergangselemente. Bevorzugt handelt es sich um ein- oder zweiwertige Metalle. In einer besonders bevorzugten 25 Ausführungsform wird das Metall bzw. die Mischung von Metallen A ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Lithium, Kalium, Calcium, Strontium und Barium. Besonders bevorzugt ist die Verwendung von Strontium und Barium.

30 In der Formel ABO_3 stellt B ein Metall hoher Wertigkeit oder die Mischung von Metallen höherer Wertigkeit dar, insbesondere ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus den Übergangselementen und Metallen der Gruppen

III und IV. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das Metall bzw. die Metalle B aus der Gruppe der vierwertigen Metalle ausgewählt. Weitere bevorzugte Metalle B sind Niob, Zirkonium und Zinn. Besonders bevorzugt ist als das Metall B Titan.

5

Im erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung von Perovskit-Teilchen der Struktur ABO_3 wird in einem ersten Schritt (a) in einem wasserfreien Alkohol gelöst. Im erfindungsgemäßen Verfahren kann jeder beliebige Alkohol verwendet werden, welcher wasserfrei erhältlich ist. Im Rahmen dieser

10 Erfindung beschreibt der Begriff „wasserfrei“ einen Wasseranteil von höchstens etwa 5 Gew.-%, bevorzugt höchstens etwa 1 Gew.-%, mehr bevorzugt höchstens etwa 0,1 Gew.-% und am meisten bevorzugt 0 Gew.-% Wasser. Bevorzugt wird ein Alkohol mit sterisch stabilisierender Eigenschaft verwendet. Beispiele für geeignete sterisch stabilisierende Alkohole sind
15 Alkohole mit 4 oder mehr C-Atomen, z.B. (+)-Butanol und ähnliche Systeme. Besonders bevorzugt wird als Alkohol im erfindungsgemäßen Verfahren Benzylalkohol verwendet. In einer bevorzugten Ausführungsform werden weiterhin halogenfreie Alkohole verwendet.

20 Je nach Lösungsverhalten des Metalls A in dem verwendeten Alkohol kann Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens bei Raumtemperatur oder bei einer leicht erhöhten Temperatur, beispielsweise etwa 50-100 °C, durchgeführt werden. Werden stark elektropositive Elemente, wie etwa Alkalimetalle oder Erdalkalimetalle als erstes Metall A verwendet, reagieren
25 diese direkt mit Alkoholen unter Freisetzung von Wasserstoff und der Bildung der gewünschten Alkoxide. Bei der Verwendung von Erdalkalimetallen als das erste Metall A können unlösliche bivalente Alkoxide auftreten, so dass die gebildete Lösung trüb sein kann. Gegebenenfalls kann nach Schritt (a) des erfindungsgemäßen Verfahrens ein Reinigungsschritt, wie etwa eine
30 Zentrifugation, durchgeführt werden, um ungelöste Substanzen zu entfernen.

Im Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die in Schritt (a)

erhaltene Lösung mit einem Alkoxid eines zweiten Metalls oder der Mischung von Metallen B mit der Formel $B(OR)_x$ oder/und $B(OR)_{x-2}$ umgesetzt, wobei x die Wertigkeit des Metalls B darstellt. R stellt einen linearen oder verzweigten

5 Alkylrest mit 1-30 Kohlenstoffatomen, insbesondere mit 1-8 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt mit 1-5 Kohlenstoffatomen dar. Vorzugsweise ist R ein Isopropylrest. Weiterhin ist R in einer bevorzugten Ausführungsform eine halogenfreie Verbindung.

Das Alkoxid mit der Formel $B(OR)_x$ ist in einer besonders bevorzugten

10 Ausführungsform Titanisopropoxid.

Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird bevorzugt bei einer erhöhten Temperatur, z.B. bei einer Temperatur von etwa 100-300 °C, bevorzugt von etwa 180-230 °C, besonders bevorzugt von etwa 190-220 °C,

15 durchgeführt. Die Reaktionsdauer kann vom Fachmann ohne Weiteres in Abhängigkeit von den verwendeten Metallen A und B festgelegt werden, insbesondere beträgt die Reaktionsdauer mehr als etwa 12 Stunden, mehr bevorzugt mehr als etwa 24 Stunden und am meisten bevorzugt etwa 48 Stunden.

20

Das Umsetzen der Lösung eines Metalls oder einer Mischung von Metallen A mit einem Alkoxid eines zweiten Metalls oder einer Mischung von Metallen B im Schritt (b) des erfindungsgemäßen Verfahrens kann gegebenenfalls unter erhöhtem Druck, bevorzugt einem Druck von maximal 10 bar, beispielsweise

25 in einem Autoklaven, erfolgen. In diesem Fall sind besonders bevorzugte Reaktionsbedingungen eine Reaktionsdauer von etwa 48 Stunden und eine Reaktionstemperatur von etwa 200 °C.

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens

30 wird Schritt (b) in einem Überschuss des Alkohols durchgeführt. Der Überschuss des Alkohols beträgt vorzugsweise das 10-100fache.

Das im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Molverhältnis von Metall A zu Metall B entspricht insbesondere etwa dem Verhältnis von Metall A zu Metall B im gewünschten Perovskitprodukt. Ein bevorzugtes Molverhältnis A:B beträgt beispielsweise etwa 1:1.

5

Somit stellt das erfindungsgemäße Verfahren ein einfaches Verfahren zur Herstellung von Perovskit-Teilchen dar. Vorteilhafterweise sind die Ausgangssubstanzen kommerziell erhältlich, so dass eine aufwändige Synthese von Vorläufersubstanzen nicht erforderlich ist. Die durch das erfindungsgemäße Verfahren hergestellten Perovskit-Teilchen besitzen eine hohe Kristallinität. Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ist es somit möglich, Perovskit-Teilchen mit einem Durchmesser <50 nm herzustellen, beispielsweise von etwa 2 bis etwa 20 nm, bevorzugt von etwa 5 bis etwa 15 nm und besonders bevorzugt von etwa 5 bis etwa 10 nm. Somit ermöglicht das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren die Bereitstellung von besonders feinteiligen kristallinen Perovskiten, welche beispielsweise bei einer Verarbeitung in Keramiken oder für eine Verwendung für weitere technologische und wissenschaftliche Zwecke erwünscht sind.

10
15
20
25

Da für das Herstellungsverfahren weder Wasser noch Halogenide verwendet werden, ist es möglich, Perovskit-Teilchen herzustellen, welche eine hohe Reinheit aufweisen. Eine Kontamination mit anorganischen Substanzen, wie etwa Halogeniden und Alkalionen, welche schwer zu entfernen sind, wird durch das erfindungsgemäße Verfahren vermieden. Somit ist ein nachfolgender Waschschritt der Perovskit-Teilchen nicht notwendigerweise erforderlich, kann aber, falls erwünscht, durchgeführt werden. Eine geeignete Waschflüssigkeit ist beispielsweise Ethanol.

Weiterhin sind Fremddotierungen auf metallischen Gitterplätzen, beispielsweise durch Na^+ oder oxidischen Gitter, beispielsweise durch Carbonat, praktisch nicht vorhanden.

Vorteilhafterweise ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren zudem auch die einfache Herstellung komplizierter gemischter Perovskite aus mehreren Metallen A oder/und B, welche für technologische Anwendungen besonders interessant sind.

5

Mit den erfindungsgemäßen Verfahren kann zudem eine hohe Ausbeute der hergestellten Perovskit-Teilchen erreicht werden. Beispielsweise können Ausbeuten von > etwa 50 %, bevorzugt > etwa 70 %, mehr bevorzugt > etwa 80 % und am meisten bevorzugt > etwa 90 % erreicht werden.

10

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Perovskit-Teilchen der Formel ABO_3 , worin A ein Metall geringer Wertigkeit und B ein Metall höherer Wertigkeit ist, die durch das erfindungsgemäße Verfahren erhältlich sind. Die erfindungsgemäßen Perovskit-Teilchen besitzen je nach Art des

15 Perovskits bevorzugt eine Teilchengröße von 2-40 nm, mehr bevorzugt von 5-25 nm und am meisten bevorzugt von 5-10 nm.

Zudem besitzen die erfindungsgemäßen Perovskit-Teilchen vorteilhafterweise eine große Homogenität im Hinblick auf die Partikelgröße,

20 Form und Kristallinität. Im Hinblick auf die Partikelgröße bedeutet im Rahmen der vorliegenden Erfindung eine hohe Homogenität, dass die Gauß'sche Standardverteilung kleiner als 30 %, bevorzugt kleiner als 25 %, mehr bevorzugt kleiner als 20 % ist.

25 Somit bietet die Verwendung der erfindungsgemäßen Teilchen im Vergleich mit herkömmlichen Teilchen große Vorteile bei vielen Anwendungen, beispielsweise bei der Herstellung dünner Schichten oder Keramiken.

Die erfindungsgemäßen Perovskit-Teilchen können beliebige gemischte

30 Oxide der Formel ABO_3 sein, bevorzugt sind die Perovskit-Teilchen Bariumtitanat-Teilchen und Strontiumtitanat-Teilchen.

Der Gegenstand der vorliegenden Erfindung wird weiterhin durch die Figuren 1 bis 3 und das Beispiel veranschaulicht.

Figur 1 zeigt das Ergebnis einer Röntgenpulverdiffraktometrie von 5 Bariumtitanat (a) und Strontiumtitanat (b), welches gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellt wurde. Alle Diffraktionspeaks können entweder der Bariumtitanat- (a) oder Strontiumtitanat-Phase (b) zugewiesen werden. Es gibt kein Anzeichen für andere kristalline Nebenprodukte wie etwa Bariumcarbonat. Aufgrund der Größe der Kristalle im Nanobereich sind alle 10 Peaks relativ breit.

Figur 2 zeigt transmissionselektronenmikroskopische Bilder von Bariumtitanat. **Figur 2(a)** zeigt ein Übersichtsbild bei einer geringeren Vergrößerung. Es kann gesehen werden, dass die Partikel nahezu 15 kugelförmig mit Durchmessern im Bereich von 5-10 nm sind. Es kann gesehen werden, dass die Teilchen hochkristallin sind. **Figur 2(b)** zeigt ein Teilchen mit einem Durchmesser von 10 nm.

Die Figuren 3(a) – (c) zeigen transmissionselektronenmikroskopische Bilder 20 einer SrTiO_3 -Probe. Es kann gesehen werden, dass die Teilchen Durchmesser im Bereich von etwa 5-8 nm besitzen.

Beispiel 1

25 3,57 g metallisches Barium oder Strontium wurden in 25 ml wasserfreiem Benzylalkohol bei leicht erhöhter Temperatur (etwa 50 °C) gelöst. Barium und Strontium bildeten hierbei eine leicht trübe und gelbliche Lösung im Benzylalkohol. Anschließend wurde 1 mol Äquivalent (bezogen auf Barium oder Strontium) Titanisopropoxid zugegeben und das Reaktionsgemisch 30 wurde in einen Autoklaven überführt und in einem Ofen für 48 h bei 200 °C erhitzt. Die resultierende milchige Suspension wurde zentrifugiert (6000 rpm, 10 min), das Präzipitat zweimal gründlich mit Ethanol gewaschen und an der

Luft bei 60 °C getrocknet. Die Ausbeute der so synthetisierten Materialien betrug etwa 90 %.

Beispiel 2

5

35,2 mg Lithium wurden in 25 ml Benzylalkohol bei ca. 80 °C aufgelöst. Nach Zugabe von 1 Moläquivalent Nb(OEt)₅ wurde im Autoklaven 48 h bei 220 °C geheizt. Das weiße erhaltene Präzipitat wurde abzentrifugiert, mit Ethanol gewaschen und bei 60 °C an der Luft getrocknet. Es entstehen Nanopartikel

10 von LiNbO₃ mit einem Durchmesser von 20 ± 4 nm.

Ansprüche

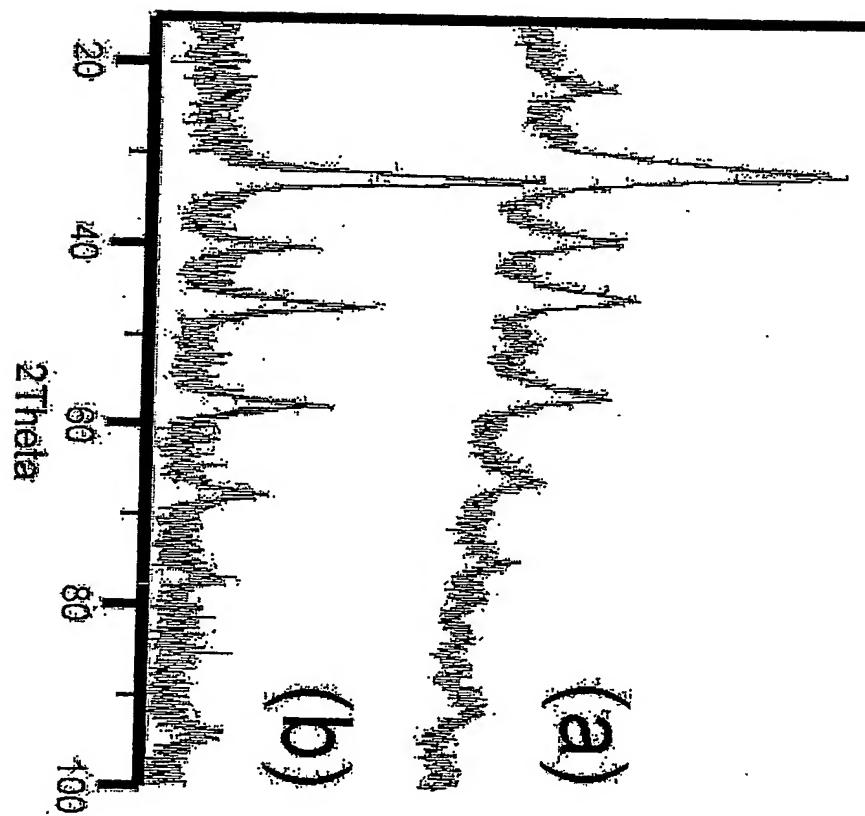
1. Verfahren zur Herstellung von Perovskit-Teilchen der Formel ABO_3 ,
5 worin A ein Metall geringerer Wertigkeit oder eine Mischung von Metallen geringerer Wertigkeit ist und B ein Metall hoher Wertigkeit oder eine Mischung von Metallen höherer Wertigkeit ist,
gekennzeichnet durch die Schritte
 - 10 (a) Lösen des ersten Metalls oder der Mischung von Metallen A in einem wasserfreien Alkohol und
 - (b) Umsetzen der Lösung aus (a) mit einem Alkoxid des zweiten Metalls oder der Mischung von Metallen B der Formel $B(OR)_x$ oder/und $B(OR)_{x-2}$, worin x die Wertigkeit des Metalls B darstellt und R ein linearer oder verzweigter Alkylrest mit 1 bis 30 Kohlenstoffatomen ist.
2. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche,
20 worin das Metall A ausgewählt wird aus der Gruppe bestehend aus Alkalimetallen, Erdalkalimetallen und Übergangselementen.
3. Verfahren nach Anspruch 2,
worin das Metall A ausgewählt wird aus der Gruppe der zweiwertigen Metalle.
4. Verfahren nach Anspruch 3
worin das Metall A ausgewählt wird aus der Gruppe bestehend aus Strontium und Barium.
- 30 5. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche,
worin das Metall B ausgewählt wird aus der Gruppe bestehend aus Übergangselementen und Metallen der Gruppen III und IV.

6. Verfahren nach Anspruch 5,
worin das Metall ausgewählt wird aus der Gruppe der vierwertigen Metalle.
7. Verfahren nach Anspruch 6,
worin das Metall B Titan ist.
8. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche,
worin der Alkohol ein sterisch stabilisierender Alkohol ist.
9. Verfahren nach Anspruch 8,
worin der Alkohol Benzylalkohol ist.
10. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche ,
worin das Metall Alkoxid in Schritt (b) Titanisopropoxid ist.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
worin Schritt (b) bei einer Temperatur von 190 bis 220 °C durchgeführt wird.
12. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche,
worin in Schritt (b) ein 10-100facher Überschuss des Alkohols vorliegt.
13. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche,
worin die Perovskit-Teilchen eine mittlere Größe von 5-10 nm besitzen.
14. Zusammensetzung von Perovskit-Teilchen der Formel ABO_3 , worin A ein Metall geringer Wertigkeit oder eine Mischung von Metallen geringerer Wertigkeit und B ein Metall hoher Wertigkeit oder eine Mischung von Metallen höherer Wertigkeit ist,
erhältlich durch ein Verfahren nach einem der Ansprüche 1-13, worin die mittlere Teilchengröße von 5-10 nm beträgt.

15. Zusammensetzung nach Anspruch 14, worin die Gauß'sche Standardverteilung der Teilchengröße kleiner als 30 % ist.

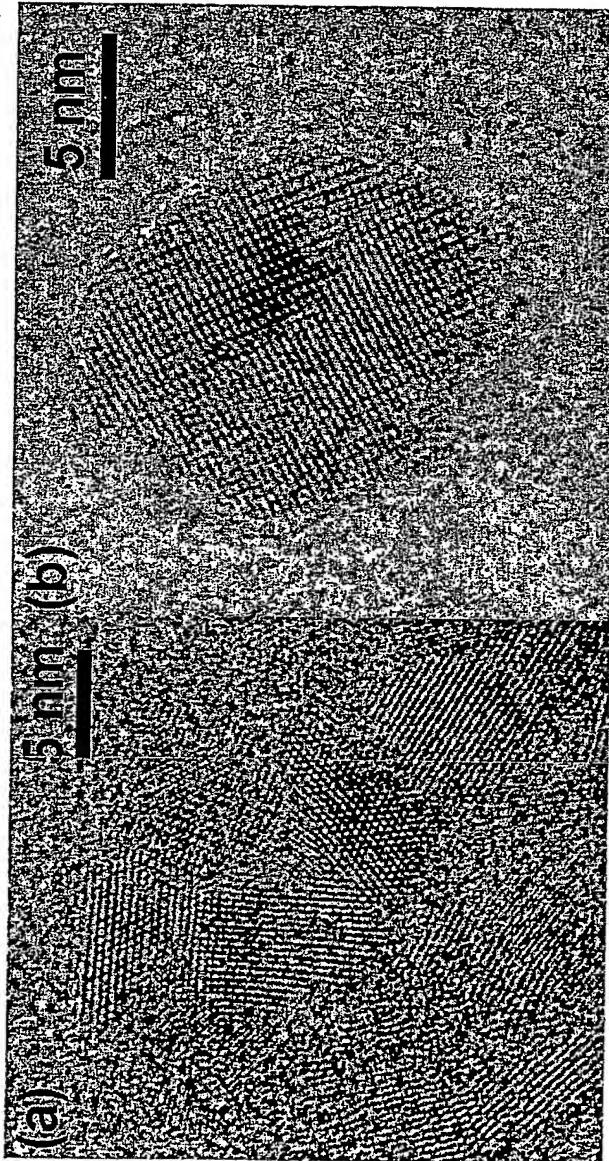
16. Zusammensetzung nach Anspruch 14 oder 15,
5 dadurch gekennzeichnet,
dass es BaTiO_3 - oder SrTiO_3 -Teilchen sind.

Relative Intensität



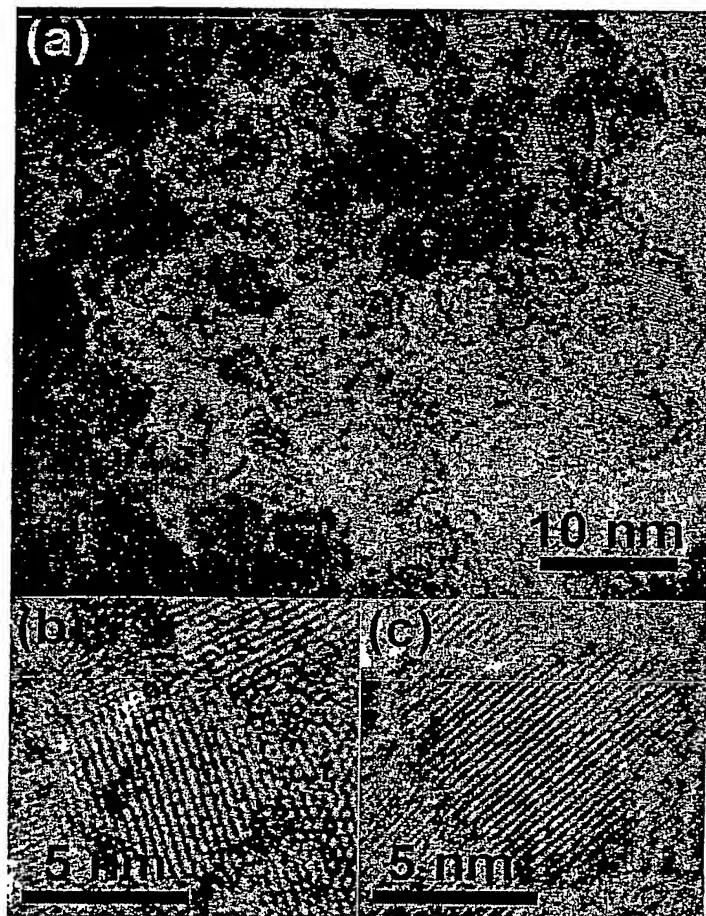
Figur 1

Figur 2



BEST AVAILABLE COPY

Figur 3



BEST AVAILABLE COPY

Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von

5 Perovskit-Teilchen mit hoher Kristallinität und hoher Reinheit sowie durch das Verfahren erhältliche Perovskit-Teilchen.

10

pu/ANM/31138P DE-20.08.2003